EUROPEAN PATENT OFFICE



Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER

62046933

PUBLICATION DATE

: 28-02-87

APPLICATION DATE

: 23-08-85

APPLICATION NUMBER

: 60185059

APPLICANT: SEIKO EPSON CORP;

INVENTOR: UCHIYAMA SHOICHI;

INT.CL.

: C03B 37/014 C03B 20/00

TITLE

: PRODUCTION OF QUARTZ GLASS TUBE

ABSTRACT: PURPOSE: To produce a quartz glass tube having high quality and high accuracy by perpendicularly holding a tubular gel or quartz glass tube obtd. by sintering the gel from a sol and heating the same to an adequate temp.

> CONSTITUTION: The tubular gel or quartz glass tube subjected to at least one time of sintering is held in such a manner that the inclination of the tube axis from the perpendicular is within 10° in the production of the quartz glass tube by a sol-gel method. The tube is then passed through an annular heater and is heated to 1,500-2,200°C by which the quartz glass tube remarkably improved in the optical quality is obtd. without deteriorating the dimensional accuracy. The above-mentioned tubular gel is subjected to the pore closure in an He atmosphere or under the reduced pressure or the He atmosphere under the reduced pressure, etc., then to the above-mentioned heating treatment. An annular gas burner H₂ and acetylene or annular heater of graphite, W, Mo, etc., high temp. gas furnace, IR image furnace, etc., are usable as the above- mentioned

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&Japio

⑩日本国特許庁(JP)

⑩特許出願公開

⑩公開特許公報(A)

昭62-46933

⑤Int.Cl.⁴

識別記号

厅内整理番号

匈公開 昭和62年(1987)2月28日

C 03 B 37/014 20/00 8216-4G 7344-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全9頁)

図発明の名称 石英ガラス管の製造方法

②特 頤 昭60-185059

25日 00 1985 1995 23日

②発 眀 者 池 尻 久 ⑫発 明 声 者 神 貞 男 ⑫発 明 者 森 ÊB ⑫発 眀 考 雷 三喜男 木 ⑫発 眀 者 内 Ш īΕ

諏訪市大和3丁目3番5号 株式会社諏訪精工舎内 諏訪市大和3丁目3番5号 株式会社諏訪精工舎内 諏訪市大和3丁目3番5号 株式会社諏訪精工舎内 諏訪市大和3丁目3番5号 株式会社諏訪精工舎内 諏訪市大和3丁目3番5号 株式会社諏訪精工舎内 諏訪市大和3丁目3番5号 株式会社諏訪精工舎内

⑪出 願 人 セイコーエプソン株式

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

会社

砂代 理 人 弁理士 最 上 務

明 細 書

発明の名称

石茶ガラス管の製造方法

特許請求の範囲

(1) グルーケル法による石英ガラス管の製造において、少くとも1回焼結した管状ゲルあるいは石英ガラス管を、管軸を鉛直からの傾きが10°以内になるように保持し、1500~2200でに加熱することを特徴とする石英ガラス管の製造方法。

(2) 1500 ~ 2200 ℃ に加熱する前に、 管状 ゲルを 以下に示す 3 つの方法の 9 ちいずれかの方法を用 いて別孔化処理することを特限とする特許 訴求の 範囲 第 1 項記載の石英ガラス管の製造方法。

- 1) ヘリウム雰囲気で閉孔化する。
- 2) 放圧下で閉孔化する。
- 3) ヘリウム芽囲気にした後、放圧にして貯孔 化する。

(3) 1500~ 2200 でに加熱する際に、水素あるいはアセチレン等のガスパーナーを用いることを特

酸とする特許翻求の範囲第 1 項記数の石英ガラス 管の製造方法。

(4) ガスパーナーとしてリンク状パーナーを用い、その中を、少くとも1回焼結した管状ゲルあるいは石英ガラス管を通すことを特敵とする特許請求の範囲第3項記載の石英ガラス管の製造方法。

(5) 1500 ~ 2200 ℃に加熱する際に、風鉛あるいはメングステンあるいはモリブデンを発熱体とした高型がを用いることを特敵とする特許謝求の範囲 の1 項記載の石英ガラス質の製造方法。

(6) 1500 ~ 2200 でに加熱する際に、ガスの恋焼を動象とする高温ガス炉を用いることを特徴とする特許請求の副開第1項記載の石英ガラス管の製造方法。

(7) 1500 ~ 2200 でに加熱する族に、発料体として風知あるいはタングステンあるいはモリブデンのリング状ヒーターを用い、その中を、少くとも1回焼船した質状グルあるいは石英ガラス質を通すことを特敵とする特許弱水の処囲第1項記収の石英ガラス質の設立方法。

特開昭62~46933 (2)

(8) 1500 ~ 2200 でに加熱する際に、赤外線イメージ界を用い、その中を、少くとも1 回焼却した管状グルあるいは石英ガラス管を通すことを特成とする特許耐水の範囲第1項配数の石英ガラス管の製造方法。

(9) 少くとも1回統結した管状ゲルあるいは石英ガラス管をリング状パーナーあるいはリング状にーターあるいは赤外級イメージ炉を通す際、通過速度を変化させをがら通すことを特成とする特許翻求の範囲第4項、第7項又は第8項のいずれかに配収の石英ガラス管の製造方法。

(d) 少くとも1回焼結した皆状グルあるいは石 英ガラス智の両端を保持し、リング状パーナーあ るいはリング状ヒーターあるいは赤外級イメージ 炉を通すことを特放とする特許額求の範囲第4項、 第7項又は第8項のいずれかに記載の石英ガラス 智の製造方法。

(II) 少くとも1回焼結した質状ゲルあるいは石英ガラス質の両端を保持し、同期させて励かしながら、リング状パーナーあるいはリング状ヒーメー

〔従来の技術〕

石英ガラスを光学的用途に用いる場合、石英ガ ラス中に残存するインクルージョン。気泡等を微 底的に除去する必要がある。 ゾルーゲル法による 石英ガラス合成においては、単にシリカソルをゲ ル化させ、乾燥後 800 ~ 1400℃ に加熱しただけで は、何られる石英ガラス中にインクルージョン、 気泡等が残存し、光学的用途には使用できない。 そとで、ゾルに超音波を照射し分散性を良くした り、遠心分離、フイルターによる炉過を行い機集 した粒子や異物を飲去することにより、得られる 石英ガラス中に幾存するインクルージョンを放少 させるととができる。また、ヘリウム雰囲気や核 圧下で焼結するととにより、気抱の発生を防ぐと とができる。しかし、これらの処理を施しても、 得られる石英ガラス中に 改存するインクルージョ ンを皆無にできないため、歯めて高い品質が畏求 される分野には応用できない。ヘリウム雰囲気あ るいはw圧下で焼結し、別孔化した焼結グル(透 明な石灰ガラスになっていてもなっていなくても、 あるいは赤外線イメージ炉を通すことを特区とする特許翻求の範囲第10項配製の石延ガラス管の製造方法。

(D) 少くとも1回焼結した皆状かんあるいは石英ガラス智をリング状パーナーあるいはリング状とーターあるいは赤外紋イメージ炉に送る速度よりも引き出す速度の方を大きくすることを特取とする特許研求の範囲第10項配数の石英ガラス管の製造方法。

発明の詳細な説明

〔産桑上の利用分野〕

本発明は、 ゾルーゲル法による石英ガラス管の 製造方法に関する。

(発明の概要)

本発明は、ソルーグル法による石英ガラス管の 製造方法において、焼結接の管状ゲルあるいは石 英ガラス管を鉛匠に保持し、1500 ~ 2200 でに加 熱することにより、寸法精度を悪化させることな く石英ガラスの光学的品質を著しく向上させたも のである。

へりりム雰囲気あるいは彼ほどで閉孔化したものであれば良い)を、 1500 ~ 2200 ℃に加熱することにより、 得られる石英ガラス中に残存するインクルージョン、 気心を告紙にすることができ、 どんしん 一グル法によって合成した石英ガラスも、 医 で 高品質を 要求される分針にも応用できるようになった。

一方、シリカンルを円筒形容器にとり、管軸のまわりに回転させながらゲル化させての、 飲水 供給することにより、 が 外 円 田 し、 既 株 焼結することによりが み 日 ち で 取 が 医 めて 良 い 石 英 ガ ラ ス 管 れ る の 寸 法 精 服 が 医 め て み で な っ た 。 焼 結 い で る と り に も 応 用 で き る よ う に な 石 英 ガ ラ ス 性 に し か ま り 高 く す る と 得 の 寸 法 精 既 が 悪 化 し こ り た め 、 800 ~ 1400℃ 位 が 一 般 的 で あ る 。

(発明が解決しようとする問題点及び目的)

しかし、 800 ~ 1400℃ で焼結した石灰ガラス管 中には、 インクルージョンが災存し、 極めて高品質が吸水される分別には応用できない。 石英ガラ

特問昭62~46933 (3)

ス智中に残するインクルークを持ち、1500~2200 でに対するインクルークをといるというとと、 1500~2200 でに対するとと、 1500~2200 でに対して、 1500~2200 でに対して、 1500~200 でで、 1500~200 で 15000 で 1500 で 1500 で 1500 で 1500 で 1500 で 1500 で

〔問題点を解決するための手段〕

本発明の石英ガラス管の製造方法は、ゾルーゲル法による石英ガラス管の製造にかいて、少くとも1回焼結した管状ゲルあるいは石英ガラス管を管軸を始直からの類きが10°以内になるように保持し、1500~2200でに加熱することを特敵とする。

(作用)

石英ガラス中に設存するインクルージョンが頂 改する旦度は、 ソルの調製方法によって異なるが、 1500℃以下ではインクルージョンを符無にすると とはできず、 2200℃以上になると石英ガラスが抑 発するなど異用的でないので、加熱固度は、 150 0~ 2200℃が望ましい。その場合、乾燥後のダル をそのまま 1500 ~ 2200 ℃に加熱すると発泡する ので、その前にヘリウム雰囲気あるいは成圧下で 焼結し、別孔化することが必要である。たらし、 透明な石英ガラスになっていてもなっていなくて も、ヘリクム雰囲気あるいは成圧下で閉孔化して いれば良い。 1500 ~ 2200 ℃に加熱する際、真円 度等の寸法精度が匿めて高いものを設求される場 合、管状ゲルあるいは石英ガラス質の智伽を完全 に鉛直に保持することが望ましいが、 実用的には 10° 位傾いても大差ない。質があまり長くない場 合は、質金体を炉の中に入れ加熱すればよいが、 哲が長くなると、 髙品に加熱した時に、 自恵でた れてくるので、その場合は、質全体を加熱せずし て、リング状の発熱体の中に管を通し、局部的に

微細クラツクは高温に加熱するととにより、焼結 が進み消滅する。との温度は、石英ガラスの軟化 点前後であることが多いので、石英ガラス板を製 **逸する場合は問題ないが、石英ガラス管を製造す** る場合、自愈で変形してしまい、問題になる。質 軸を水平にした場合、高温にすると管がつぶれ、 真円度が悪化する。 管軸を鉛直にすれば、 重力は 半径方向には作用しをいので、真円度は悪化しな い。たゞし、管動方向に重力が作用するため、質 化テーパーが付いたりする。そこで、全体を一度 に加熱せずに、リンク状の発熱体の中を通し、加 敷する部分が位少限になるようにすれば良い。質 の上端しか保持していないときは質が伸びたり、 下端しか保持していないときは管が縮んだりする ととがあるが、リンク状の発熱体の中を通過させ る速度を制御することにより、それらの変形を投 少限にするととができる。殷も好ましいのは、贺 の両路を保存し、同期させて動かしながら、リン ク状の殆然体の中を通すことである。

(吳始例 1)

特開明62-46933 (4)

エチルシリケート (8i(OC2H5)4) 2 0 0 m & . 0.021 塩酸 108me, 競切末シリカ44 9 を混合, 数 しく提拌し、超音波照射。遠心分離。炉辺を行い、 均質度の高いゾルを得た。とのゾルに 0.1 N アン モニア水を加えPH位を5に調整した後炉巡し、 その280m8を内径10m,及さ10mのポリプロ ピレン製円筒形容器にとり、管面のまわりに30 0ァカπで回転させると1時間後にグル化した。 得られた皆状グルを60℃で10日間乾燥させると外 徑 7 mm, 内徑 5.6 mm, 長さ 7 mm の 乾吹 グルが得ら れた。得られた苑梁グルをガス隆葵炉中で純酸器 を 0.2 e/min の 流量で 売しなが 5 60 C/hr の 昇恩 速度で800℃まで昇型した。800℃で1時間 保持した後ガスを納へりウムに切換え、 0.2e/min の流量で流しながら、60℃/hr の昇温速度で12 00℃まで昇風し、1200℃で1時間保持した ところ、質状ゲルは、比照 2.20. 外径 5 ㎝, 内径 4 cm , 艮さ 5 cm で、透明な石英ガラス管になって いた。得られた石英ガラス背中には直径数μπの インクルージョンが観察されたが、気泡は全く鎖

で1200℃まで昇温し、1200℃で1時間保 持したところ、管状ゲルは比正 2.20。外径 5 点 。 内径4m,艮さ5mで、透明左石英ガラス管にな っていた。沿られた石英ガラス管中には正径数 Am のインクルージョンが観察されたが、気泡は全く 観察されなかった。なお、800℃から破圧にす る代わりに、800℃で1時間保持後ガスを納へ リウムに切換え、 0.2e/min の既任で硫しながら 60 ℃/hr の月因速収で1000 でまで昇促し、1 0 0 0 ℃で1時間保持した後、ロータリーポンプ を用いて ITorr 以下まで放圧し、以談との真空度 を保ちながら60℃/hr の昇退速度で1200℃ま で昇品し、1200℃で1時間保持しても、全く 問奴な石英ガラス智が作取できた。母られた石英 ガラス質を高温ガス炉中に質伯が鉛直になるよう に立て、プロパンガス袋で1800℃に加熱した。 **得られた石英ガラス質中には、インクルージョン** や気泡は観察されず、成長 0.6334m のレーザー光 を照射したが、放乱は観然されなかった。また、 真円度は16 4 であった。

〔 契 施 例 2 〕

要施例1と同級に替状ゲルを作成し乾燥した。 のたまで流しながら60 C/hr の昇温速度で800 でまで昇温し、800℃で1時間保持した後、ロータリーポンプを用いて1Torr 以下まで被圧し、 以後との真空度を保ちながら60 C/hr の昇温速度

(聚族例3)

奥施例1と同様に質状ゲルを作成し乾燥した。 得られた乾燥ゲルをガス置換炉中で純酸素を 0.2 e/min の硫量で流しながら60℃/hr の昇温速度で 800℃まで昇温した。800℃で1時間保持し た後ガスを納へりウムに切換え、 0.20/min の流 ☆で流しながら、60℃/ステの昇盈速度で1150 でまで昇風し、1150℃で1時間保持したとと ろ、管状ゲルはまだ半透明だったが、外径5㎝。 内径 4 ㎝,及さ 5 ㎝で比重は任任 2.20 であった。 得られた質状グルを、質蝕が鉛道になるように保 持し、水素パーナーで1800℃になるように加 熟した。 得られた石英ガラス管中には、インクル ージョンや気泡は観察されず、放長 0.6334m のレ ーザー光を照射したが、放乱は観察されなかった。 なお、水梨パーナーの代わりにアセチレンパーナ ーを用いても、全く同根な石英ガラス智が作成で きた。

〔 医施例4)

奥佑例1と同様な方法で作取したシリカゾル4

特開昭 62~46933 (5)

3 0 m & を内径 5 m , 長さ30 m のポリプロピレン 製円筒形容器にとり、 質軸のまわりに1000ヶ pmで回転させながらゲル化させた。 得られた管 **杖グルを60℃で10日間乾燥させると、外径3.5 cm** ,内侄 1.8 ㎝,長さ21 ㎝の乾燥グルが得られた。 付られた乾燥グルをガス慳換炉中で納酸器を0.2 L/min の硫酸で硫しながらので/ hr の料型速度 で800℃まで升級した。800℃で1時間保持 した設ガスを組へリウムに切換え、0.21/min の 0 でまで昇温し、1150でで1時間保持したと とろ、外径 2.5 ㎝,内径 1.3 ㎝,段さ15 ㎝の半透 明な質状グルが得られた。 比重は経理 2.20であっ た。得られた質状ゲルに 2.5cm¢ の石英ガラス韓を ガラス旋盤を用いて取付け、これを鉛質に保持し て、リンク状水器パーナーの中を30 mm/min の速度 で鉛直下方に移動させたところ質状グルは透明な 石灰ガラス質になっていた。リング状水器パーナ - で加熱されている即分の管状グルの温度は、放 射磁度計で観定すると、1800℃であった。得

た後ガスを納へりウムに切換え、0.2&/min の流 量で成しながら、60℃ /1/1 の昇温速度で 1 1 5 0 でまで昇回し、1150℃で1時間保持したとと ろ、外径 2.5 ㎝ . 内径 1.3 ㎝ , 長さ 25 ㎝ の半透明 な管状ゲルが得られた。比重はほぼ 2.20 であっ た。 何られた質钦ゲルに 2.5㎝の の石英ガラス棒を ガラス旋盤を用いて取付け、これを鉛直に保持し て、凡鉛のリンク状ヒーターの中を、リンク状ヒ ーターの周辺にアルゴンガスを流しながら180 0 でに保ち、鉛直下方にはじめは30 mm/min の速度 で、その嵌絵々に速度を上げ、段終的には50 mm/ min の速度で移動させたところ質状グルは透明な 石英ガラス質になっていた。付られた石英ガラス 質中には、インクルージョンや気泡は観察されず、 放長 0.6334m のレーザー光を照射したが敵乱は觀 影されなかった。真円歴は16μm,真直既は0.5 皿 , テーパーは20 μ m であった。比較のためリン グ伏ヒーターの中を通丁選展を30 mm /minで一定に したととろ、武料の上端の色は下端の色より1 🚥 小さくなってしまった。

られた石英ガラス管中には、インクルージョンや 気心は観察されず、放長 0.633 mm のレーザー光 放良 0.633 mm のレーザー光 放良 0.633 mm のレーザー光 放民 16 mm のたか、リンク 大力の代わりに、なか、リンクが 大力の代わりに、発熱なシンクのと 大力の代わりに、発熱なシンクのと 大力のよたはタンクステンクのと 大力のが、 大

契筋例1と可様な方法で作成したシリカゾル700mを存在5m, 長さ50mのポリプロピレン製円筒形容器にとり、智軸のまわりに100crかかで回転させながらゲル化させた。 得られた管状ゲルを60でで10日間乾燥させると、外径3.5 m, 内径1.8 m, 長さ35 mの乾燥ゲルが得られた。得られた乾燥ゲルをガス腫染炉中で純酸素を0.2 e/minの硫量で流しながら60で/hr の昇温速度で800でまで昇温した。800でで1時間保持し

(爽施例 6)

異施例1と同様な方法で作取したシリカゾル1 400mを内径5㎝,長さ1mのポリプロピレ ン製円筒形容器にとり、管軸のまわりに1000 ァカπで回転させながらグル化させた。 得られた 智状グルを60 C で10 日間乾燥させると、外径 3.5 四,内径 1.8 m,艮さ70mの乾燥グルが得られ た。役られた乾燥ゲルをガス躍換炉中で純酸器を 0.20/min の硫鉛で硫しながら60℃/hr の昇品速 **度で800℃まで昇盈した。800℃で1時間保** 特した後ガスを納へりウムに切換え、 0.24/min の疣 量で 旋しながら 60 ℃ /hr の 昇 凸 恵 度 で 1 1 5 0でまで昇温し、1150でで1時間保持したと とろ、外径 2.5 ㎝,内径 1.3 ㎝,段さ50㎝の半透 明左管扶ゲルが得られた。比重は任理 2.20であっ た。得られた管状ゲルの両端に、 2.5cm の石英ガ タス棒をガラス旋盤を用いて取付け、これを鉛瓜 になるように両端を保持して、恩鉛のリング状ヒ ーターの中を、リンク状ヒーターの周辺にアルゴ ンガスを於しながら1800℃に保ち、鉛匠下方

特問昭62~46933 (6)

にはじめ30mm/min の運世で、その後後々に正理をを上げ、収移的には50mm/min の速世で、代遊野でで、はからなっていた。内のではからなっていた。内の気がからなっていた。内の気がからなっていた。内の気がされて、インクルージョンや別にはがからないのというではは、インクルージョンを別した。内の気がいる。内のはは164m。 東西には、インクルージョンを別した。内のは104m。 はいからには、インクルージョンを別した。 真内 は104m。 はない といっていまった。 はいの といっと はいっと はいい といっていまった。

(奥姆例 7)

エチルシリケート (Bi(OC, E,),),) 2 0 0 m l, 0.02N 塩酸 80 m l を混合, 厳しく挽拝して均一などルを得た。 このどルに 0.1 N アンモニア水を加え P H 値を 5 に関撃し、 その 2 8 0 m l を内径 10 m, 及さ 10 m のポリブロピレン製円筒形容易にとり、 智軸のまわりに 3 0 0 r p m で回転させると 1 時間後にグル化した。 得られた質状ゲルを60 でで10 日間乾燥させると外径 6.7 cm, 内径 5.4 cm,

N 塩取 160m.e. 競粉末シリカ 6 6 9 を混合、敵し く攪拌し、超音波照射、遠心分離、炉過を行い、 均質度の高いゾルを得た。このゾルに、 0.1 NT ンモニア水を加え2日復を5に調整した後炉巡し、 その 280ml を内径 10 cm . 長さ 10 cm のポリプロピレ ン製円筒形容器にとり、智軸のまわりに 300 rpm で回転させると1時間後にグル化した。得られた **賀状グルを60℃で10日間乾燥させると外径7㎝。** 内徑 5.6 ㎝,長さ7㎝の乾燥グルが得られた。得 られた乾燥ゲルをガス監換炉中で納酸素を 0.2 & /min の流量で流しながら、60℃/hrの昇温速度 で1000でまで昇配し、1000で1時間保 持した後ガスを網へりウムに切換え、 0.2 e/min の疣量で疣しながら、60℃/hrの昇品速度で1.4 0 0 でまで昇風し、1 4 0 0 でで 1 時間保持した ところ、管状グルは、比重 2.20. 外径 5 ㎝。内径 4 m.長さ 5 mで、 透明な石英ガラス管になって いた。得られた石英ガラス管中には、直逢数々か のインクルージョンおよび ダクリストバライトが 観察されたが、気泡は全く観察されなかった。得

長さ6.7mの乾燥ゲルが得られた。得られた乾燥 グルをガス屋換炉中で純酸素を 0.20/min の疏位 で配しながら、30℃/hrの昇码速度で600℃ま で昇回した。600℃で1時間保持した役ガスを 納ヘリウムに切換え、0.20/min の庇量で流しな がら15 ℃ /11 で の 昇 匹 速 底 で 1 1 0 0 ℃ ま で 昇 醖 し 、 1100℃で1時間保持したととろ、管状グルは 比質 2.20, 外径 4.5 cm。内径 3.6 cm, 長さ 4.5 cm で、透明な石英ガラス質になっていた。役られた 石英ガラス質中には直径数μπのインクルージョ ンが観察されたが、気泡は全く観察されなかった。 得られた石英ガラス管を黒鉛発熱炉中に管軸が鉛 **堕になるように立て、ヘリウムを 0.5ℓ/min の**疏 量で流しながら1500℃まで加熱した。役られ た石英ガラス管中には、インクルージョンや気泡 は観察されず、彼長 0.6334m のレーザー光を照射 したが、飲乱は観察されなかった。また、真円度 は18 4 かであった。

〔夹施例8〕

エテルシリケート (Bi(OC:B:):)200me . 0.02

られた石英ガラス管を黒鉛発熱炉中に管軸が鉛直になるように立て、ヘリウムを 0.5 L/min の流量で流しながら 2 0 0 0 でまで加熱した。 得られた石英ガラス管中には、インクルージョンや気泡は観察されず、 放長 0.633 Am のレーザー光を照射したが、 放乱は観察されなかった。 また、 真円匪は 20 4 m であった。

〔 奥施例 9 〕

特問昭62-46933(フ)

れた質状グルを60℃で10日間を栄させると外径で m,内色 5.6 m. 及さ7 m の乾燥ゲルが得られた。 刊られた乾燥グルをガス風筒炉中で納取器を 0.2 L/min の沈んで近しながら、60℃/hr の昇昌速度 で700℃まで昇配し、700℃で3時間保持し た後、ガスを塩粱を10多合むへりウムに切換え、 1 E/min の 元量で 祝しながら 60 ℃ /hr の 昇 起 速 度 で1000でまで昇退した。1000でガスを 細酸器に切換え、 0.20/min の流費で流しながら 1000℃で3時間保持し、60℃ № の昇温速度で 1050℃まで昇温した後ガスを純ヘリウムに切 換え、0.20/min の流量で流しながら、60℃/hr の月四速度で1250でまで月回し、1250で で 3 時間保持したところ、管状ゲルは、比重 2.20 ,外径 5 cm,内径 4 cm,及さ 5 cm で、透明を石英 ガラス質になっていた。得られた石英ガラス管中 には直径数μπのインクルージョンが観察された が、気泡は全く観察されなかった。得られた石英 ガラス管を黒鉛発料が中に管軸が鉛直になるよう に立て、ヘリウムを 0.5 Umin の流台で近しなが

外径 5 m. 内径 4 m. 及さ 5 mの半透明 左管状ゲルが 的られた。 比 取 は 径 径 2.20 で あった。 得られた 管状ゲルの 両端に、 5 m ø の 石 英 ガラス 棒をガラス 旋盤を用いて 取 付け、 これを 鉛 正 に たるように 両端を 保持して、 無 鉛 の リング 状ヒーターの 同辺に アルゴンガスを 近しながら 1900 で 保 ら、 鉛 正 下 方に 20 min の 速 度 で 送り、 40 min の 速 度 で 3 min の 速 度 で 3 min の 速 で 3 cm の と 2 cm の で 5 cm の 5

〔災施例11〕

エチルシリケート (Bi(UC, H;)。) 200ml,0.02 N 塩酸 1 0 8 m l . 微粉末シリカ42 g . 微粉末アルミナ 4.2 g を混合、微しく攪拌し、超音波照射、速心分離、炉過を行い、均質度の高いゾルを得た。

61700でまで加熱した。比較のため、管管を始回から5°.10°.15°,20° 傾けたものも作成した。 投られた石英ガラス管中には、インクルージョンや気泡は観察されず、放長0.6334mのレーザー光を照射したが、散乱は観察されなかった。 また、赤外分光法により水酸蒸浸度を測定したと とろ、水酸蒸浸度は1 ppm以下であった。 真円度は、管軸を始距にしたもの、5°.10°.15°.20° 傾けたものは、原に、164m,174m,194m,24 4m,314mであり、管軸の始直からの傾きが10°を越えると、真円度がかなり悪化することがわかる。

(夹施例 10)

5 に 調整 した 後 炉 過 し 、 そ の 2 8 0 m l を 内 径 in cm, 長さ10 cmのポリプロピレン製円筒形容器にと り、管軸のまわりに300ァァルで回転させると 1時間後にグル化した。得られた管状グルを60℃ で10日間乾燥させると外径 7 cm。内径 5.6 cm。艮 さてmの乾燥ゲルが得られた。得られた乾燥ゲル をガス置換炉中で純酸素を 0.24/min の既量で流 しながら、60 ℃ /1+ の昇温速度で1000 でまで 昇温した。1000℃で1時間保持した後ガスを 納ヘリウムに切換え、 0.20/min の流量で流しなが り、60℃/hr の昇温速度で1450℃まで昇温し、 1450℃で1時間保持したところ、管状ゲルは、 外径5㎝、内径4㎝、及さ5㎝で、ALを目iに 対して 5 alm 多合む石英ガラス管になっていた。 得られた石英ガラス管中には、直径数μmのイン クルージョンや結晶が観察されたが、気心は全く 観察されなかった。得られた石英ガラス管を思鉛 発熱炉中に智能が鉛直になるように立て、ヘリウ ムを 0.50/min の流盤で流しながら 2 1 0 0 でき で加熱した。行られた石英ガラス管中には、イン

特開昭62-46933(8)

クルージョンや結晶や気泡は 4祭されず、放長の.6334mのレーザー光を照射したが、放は観察されなかった。また、真円度は 15 4 m であった。また、競粉末アルミナ 4・2 g の代わりに、放射であった。また、一般のないでは、から上でを加え、回収のででは、から上でを5 mob 8 合むながられば、から上でを5 mob 8 合むながられば、ないのとのレーザー 光を照射したが、放民の.6334mのレーザー 光を照射したが、放乱は観察されなかった。また、真円度は 15 4 m であった。

〔 異 施 例 12]

エチルシリケート(Bi(OC:Bi). 178 me. エタノール 7 0 me. 0.02B 塩酸 14 meを混合、 提拌した。 1 時間後トリiーブロボキシボロン(B(i-OC:B,))) 19 9 を加えさらに 1 時間提拌後、 0.02B 塩酸 1 4 8 meを加え1 時間提拌した。 これに微粉末シリカ 6 6 9 を加え、 提拌、 超音波照射、 遠心分散、 炉辺を行い均質度の高いゾルを得た。 このゾルに 0.1 B アンモニア水を加え、 P B 値を 5 に調整した煲炉辺し、 その 2 8 0 me を内径 10 me. 艮

たが、 放乱は観察されなかった。 また、 真円 旺は 17 4 m であった。 また、 トリ i ー ブロボキシャンの代わりに、テトラエトキシゲルマニウム 25 g を加え、 何僚の処理を 行ったものは、 G。 を B i に 対して 5 a l m 多合む石 英ガラス 智が作 収 でき、 インクルージョンや 気泡は 観察されず、 放 長 0.633 4 m の レーザー 光を照射したが、 放乱は 観察されなかった。 英円 既は 17 4 m であった。

(発明の効果)

以上述べたように本発明によれば、ンルーグル法による石英ガラス資の設定において、焼精持して、焼精持は石英ガラス資を設定におめて、焼精持精力を受けるのでは石英ガラスの光がは石英化させることなってきる。したが近にない品質と、低めて高い精度の両方が設定される分野、例えば光ファイバー用ジャケット管等に広く応用することができる。また Alioi、Tio、Bio、Oeo、等を添加した石英ガラスでも同様に設造でき、本実的例以外の元素を添加した石英

さ10mのポリプロピレン製円筒形容器にとり、管 軸のまわりに300ァァπで回転させると1時間 後にグル化した。得られた管状グルを60℃で10日 間乾燥させると外径7㎝,内径5.5㎝,及さ7㎝ の乾燥グルが得られた。得られた乾燥グルをガス **≧換炉中で純酸素を 0.2 €/min の疏量で流しをが** 5、60 ℃ /hr の昇型速度で 6 0 0 ℃まで昇型した。 600℃で1時間保持した後ガスを純ヘリウムに 切換え、 0.2 Umin の成量で硫したがら、60℃/hr の昇母速度で1200でまで昇母し、1200で で1時間保持したところ、管状ゲルは外径5㎝。 内径 4 cm。長さ 5 cm で、BをBiに対して 5 atm **あ含む石灰ガラス質になっていた。 得られた石灰** ガラス管中には、直径数μのインクルージョンが 観察されたが、気泡は全く観察されなかった。得 られた石英ガラス管を黒鉛発熱炉中に管軸が鉛質 になるように立て、ヘリウムを 0.5 L/min の流量 で流しながら1600℃まで加熱した。得られた 石英ガラス管中には、インクルージョンや気泡は 観察されず、波長 0.6334m のレーザー光を照射し

ラス管も同様に製造することができる。また、石 英ガラス様の製造にも同様に応用できるので、光 ファイバー用母材等多方面に応用が期待される。

図面の簡単な説明

第1図は、本発明の奥施例において、管状ゲル あるいは石英ガラス管をリング状ヒーターに通す 際の説明図である。

1・・・石英ガラス様

2 * * * 管状ゲル

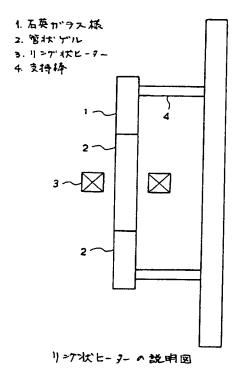
3 ・・・リング状ヒーター

4・・・支持権

以上

出顧人 株式会社認訪精工会 代理人 弁理士 硷 上 *雖*

特開昭62-46933 (9)



第1園

-241-